

10/510339

Mod. C.E. - 1-4-7

PCT/IB 03/01242

14 APR 2003

Rec'd PCT/PTG 05 OCT 2004



**Ministero delle Attività Produttive**  
**Direzione Generale per lo Sviluppo Produttivo e la Competitività**  
**Ufficio Italiano Brevetti e Marchi**  
**Ufficio G2**



Autenticazione di copia di documenti relativi alla domanda di brevetto per:

N. MI2002 A 000715

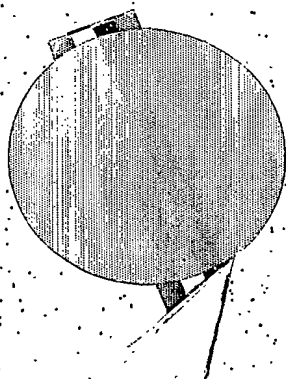
Invenzione Industriale

*Si dichiara che l'unita copia è conforme ai documenti originali  
depositati con la domanda di brevetto sopraspecificata, i cui dati  
risultano dall'accluso processo verbale di deposito.*

**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Roma, il ..... - 2 AGO. 2002



IL DIRIGENTE

UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

Best Available Copy

## AL MINISTERO DELLE ATTIVITÀ PRODUTTIVE

UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI - ROMA

DOMANDA DI BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE, DEPOSITO RISERVE, ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO

MODULO A

marca  
da  
bollo

L. PUBBLICO

N.G.

## A. RICHIEDENTE (I)

1) Denominazione

POLARIS SRL

Residenza

VIA ZUCCHI 1 MONZA

2) Denominazione

Residenza

codice 02608220964

codice

## B. RAPPRESENTANTE DEL RICHIEDENTE PRESSO L'U.I.B.M.

cognome nome

cod. fiscale

denominazione studio di appartenenza

via

n.

città

cap

(prov)

## C. DOMICILIO ELETTIVO destinatario

MASETTO GIAN CLAUDIO

via

ZUCCHI

n.

01

città

MONZA

cap

20052

(prov)

MI

## D. TITOLO

classe proposta (sez/cl/sci)

gruppo/sottogruppo

METODO E APPARECCHIATURA PER LA SEPARAZIONE DI SOSTANZE ORGANICHE VOLATILI E GAS MEDIANTE ADSORBIMENTO E SISTEMA MIGLIORATIVO DI DESORBIMENTO.

## ANTICIPATA ACCESSIBILITÀ AL PUBBLICO:

SI

NO

SE ISTANZA: DATA

N° PROTOCOLLO

## E. INVENTORI DESIGNATI

cognome nome

cognome nome

1)

MASETTO GIAN CLAUDIO

3)

MASETTO FRANCESCO

2)

MASETTO MARIO

4)

## F. PRIORITÀ

nazione o organizzazione

tipo di priorità

numero di domanda

data di deposito

allegato  
S/R

1)

2)

## SCIoglimento RISERVE

Data

N° Protocollo

## G. CENTRO ABILITATO DI RACCOLTA CULTURE DI MICROORGANISMI, denominazione

## H. ANNOTAZIONI SPECIALI

## DOCUMENTAZIONE ALLEGATA

N. es.

Doc. 1)

PROV

n. pag.

11

Doc. 2)

PROV

n. tav.

02

Doc. 3)

RIS

Doc. 4)

RIS

Doc. 5)

RIS

Doc. 6)

RIS

Doc. 7)

riassunto con disegno principale, descrizione e rivendicazioni (obbligatorio 1 esemplare) ....

disegno (obbligatorio se citato in descrizione, 1 esemplare) .....

lettera d'incarico, procura o riferimento procura generale .....

designazione inventore .....

documenti di priorità con traduzione in italiano .....

autorizzazione o atto di cessione .....

nominativo completo del richiedente .....

## SCIoglimento RISERVE

Data

N° Protocollo

confronta singole priorità

8) attestati di versamento, totale Euro

COMPILATO IL

05/04/2002

FIRMA DEL(I) RICHIEDENTE(I)

obbligatorio

CONTINUA SI/NO

NO

AMMINISTRATORE UNICO DI POLARIS SRL (MONZA)

DEL PRESENTE ATTO SI RICHIEDE COPIA AUTENTICA SI/NO

SI

CAMERA DI COMMERCIO IND. ART. E AGR. DI MILANO

MILANO

VERBALE DI DEPOSITO

NUMERO DI DOMANDA

MI2002 000715

Reg. A.

codice 1515

L'anno

DUEMI LADUE

del mese di

APRILE

(I) richiedente(I) sopradenotato(I) ha(hanno) presentato a me sottoscritto la presente domanda

00

fogli aggiuntivi per la concessione del brevetto sopraportato.

## I. ANNOTAZIONI VARIE DELL'UFFICIALE ROGANTE

IL DEPOSITANTE

Gian Claudio Masetto

L'UFFICIALE ROGANTE

RIASSUNTO INVENZIONE CON DISEGNO PRINCIPALE, DESCRIZIONE E RIVENDICAZIONE

NUMERO DOMANDA MI2002A 000715

REG. A

DATA DI DEPOSITO

05/04/2002

NUMERO BREVETTO

DATA DI RILASCIO

/ /

## D. TITOLO

METODO E APPARECCHIATURA PER LA SEPARAZIONE DI SOSTANZE ORGANICHE VOLATILI E GAS MEDIANTE ADSORBIMENTO E SISTEMA MIGLIORATIVO DI DESORBIMENTO.

## L. RIASSUNTO

Viene descritto un processo efficace ed efficiente sotto l'aspetto energetico, con l'apparecchiatura per realizzarlo, per recuperare prodotti da flussi gassosi e per abbattere inquinanti da emissioni gassose per scopi ecologici, basato sull'adsorbimento dei suddetti composti associato a una modalità di desorbimento con caratteristiche migliorative, per cui la rigenerazione dei materiali usati per l'adsorbimento è resa più efficace e sicura. La convenienza del metodo è particolarmente evidente quando le sostanze adsorbite sono composti organici volatili, gas o composti reattivi o instabili; quando, recuperando i prodotti, sono richiesti elevati standard di qualità per il reimpiego; quando deve essere reso minimo l'impatto complessivo sull'ambiente, a fronte di prescrizioni di legge molto restrittive riguardo alla qualità delle emissioni trattate.

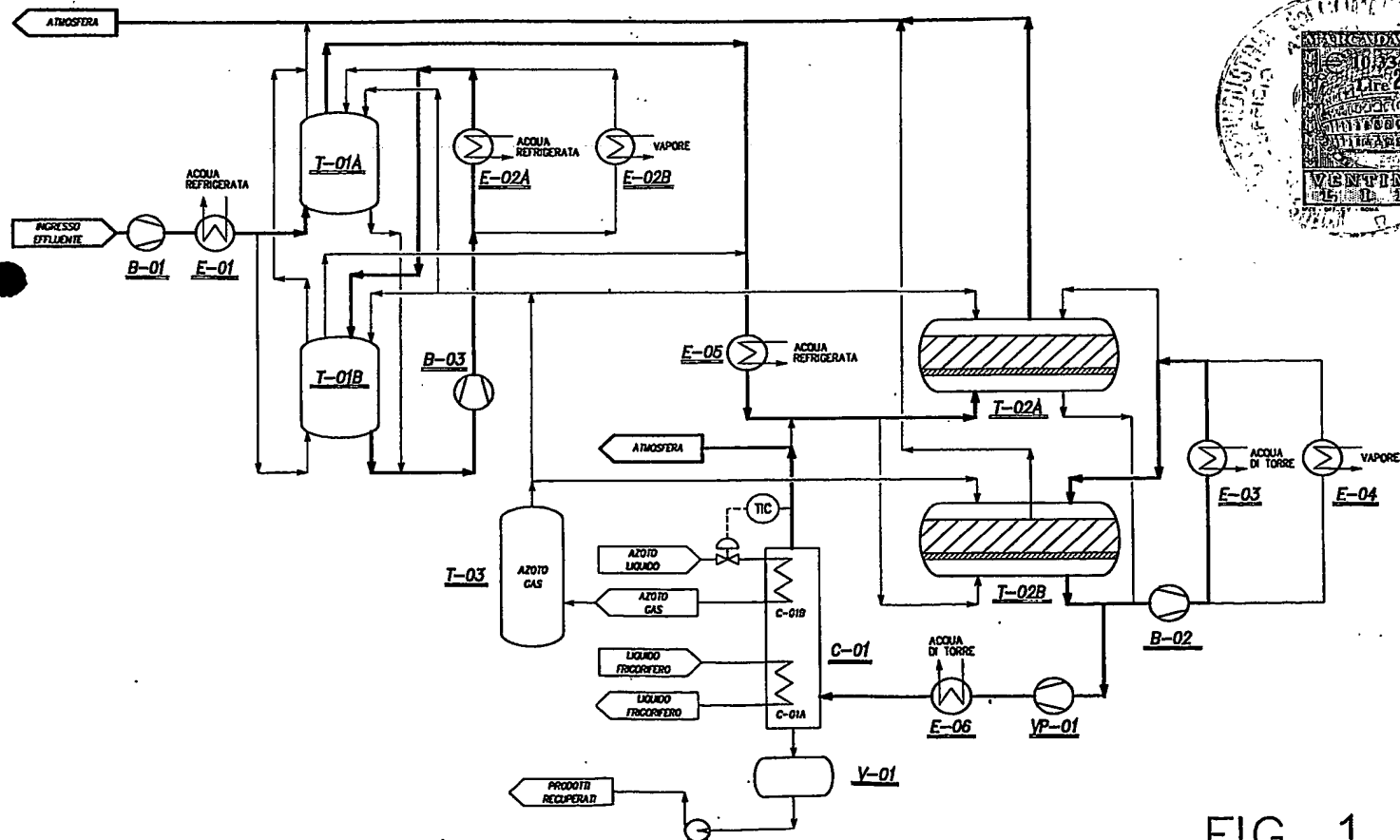
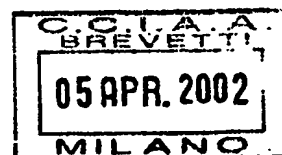


FIG. 1

**DOMANDA DI BREVETTO ITALIANA**



**MI 2002 A 0 0 0 7 1 5**

**N. DI DEPOSITO**

**DATA DI DEPOSITO**

**TITOLARE**

POLARIS SRL  
VIA ZUCCHI, 1  
20052 - MONZA (MI)  
TEL. 039 327783

*Franco Ambrosio Masetto*

**TITOLO**

METODO E APPARECCHIATURA PER LA SEPARAZIONE DI SOSTANZE ORGANICHE  
VOLATILI E GAS MEDIANTE ADSORBIMENTO E SISTEMA MIGLIORATIVO DI  
DESORBIMENTO

**INVENTORE**

MASETTO GIAN CLAUDIO  
MASETTO MARIO  
MASETTO FRANCESCO

# METODO E APPARECCHIATURA PER LA SEPARAZIONE DI SOSTANZE ORGANICHE VOLATILI E GAS MEDIANTE ADSORBIMENTO E SISTEMA MIGLIORATIVO DI DESORBIMENTO

## Sommario

Viene descritto un processo efficace ed efficiente sotto l'aspetto energetico, con l'apparecchiatura per realizzarlo, per recuperare prodotti da flussi gassosi e per abbattere inquinanti da emissioni gassose per scopi ecologici, basato sull'adsorbimento dei suddetti composti associato a una modalità di desorbimento con caratteristiche migliorative, per cui la rigenerazione dei materiali usati per l'adsorbimento è resa più efficace e sicura. La convenienza del metodo è particolarmente evidente quando le sostanze adsorbite sono composti organici volatili, gas o composti reattivi o instabili; quando, recuperando i prodotti, sono richiesti elevati standard di qualità per il reimpiego; quando deve essere reso minimo l'impatto complessivo sull'ambiente, a fronte di prescrizioni di legge molto restrittive riguardo alla qualità delle emissioni trattate.

## Rivendicazioni

1. Un metodo per il recupero di prodotti da effluenti gassosi e per l'abbattimento di inquinanti da emissioni gassose, che comprende i seguenti passaggi:  
 rimuovere preliminarmente l'umidità mediante adsorbimento su di un materiale idrofilo selettivo che non reagisca con i suddetti composti, spurgando e rigenerando tale materiale adsorbente con azoto a idonea temperatura;  
 far passare i suddetti flussi anidrificati, attemperati in modo controllato, attraverso un letto di carboni attivi per effettuare l'adsorbimento quantitativo dei composti;  
 costituire un primo circuito delimitato che include il letto di adsorbimento e un condensatore criogenico che utilizza un liquido refrigerante nella sezione inferiore e azoto liquido in quella superiore;  
 immettere azoto gas in detto circuito per rimuovere l'ossigeno, mentre i composti presenti sono separati per condensazione nel suddetto condensatore criogenico;  
 costituire un secondo circuito delimitato che include il letto di adsorbimento, un ventilatore e un riscaldatore;  
 circolare in circuito chiuso la miscela racchiusa formata di azoto e di vapori dei composti per conseguire il riscaldamento per convezione del letto di adsorbimento e il desorbimento dei composti, continuando a erogare altro azoto al circuito;  
 avviare il flusso in eccesso da detto circuito alla connessione con il condensatore criogenico per condensare e recuperare i composti desorbiti;  
 una volta raggiunta la temperatura finale di rigenerazione, costituire un terzo circuito che include il letto di adsorbimento, una pompa da vuoto e il condensatore criogenico;  
 sospendere l'erogazione d'azoto e mettere sotto vuoto il letto d'adsorbimento per ottenere un ulteriore desorbimento utilizzando l'energia interna dei carboni attivi e degli stessi composti adsorbiti, e condensare e recuperare tali composti;  
 immettere azoto per rompere il vuoto, e ripetere le operazioni descritte a proposito delle modalità di utilizzo del secondo circuito per fornire altra energia per il desorbimento;  
 ripetere le operazioni descritte a proposito delle modalità di utilizzo del terzo circuito per conseguire la completa rigenerazione dei carboni attivi;  
 utilizzare, per le suddette fasi di criocondensazione dei prodotti e degli inquinanti, tutta l'energia resa disponibile dall'evaporazione dell'azoto liquido effettuata per produrre il gas per inertizzare il circuito e per riscaldare per convezione, a saldo dell'energia fornita con altro liquido refrigerante di minor pregio;

*San Vito Mare*

infine, costituire un quarto circuito che include il letto di adsorbimento, un ventilatore e un raffreddatore per ridurre la temperatura del letto circolando azoto in circuito chiuso in detto circuito.

2. Il metodo della prima rivendicazione, dove però il materiale per il letto di adsorbimento per i suddetti prodotti e inquinanti è costituito da una resina macroporosa del tipo adatto per l'adsorbimento di composti organici volatili e di gas organici e inorganici.
3. Il metodo della prima rivendicazione, dove però il materiale per il letto di adsorbimento per i suddetti prodotti e inquinanti è costituito da adsorbenti inorganici quali zeoliti, allumina o gel di silice, del tipo idoneo per l'adsorbimento di composti organici volatili e di gas organici e inorganici.
4. Il metodo della prima rivendicazione, dove però una efficace riduzione preliminare dell'umidità è effettuata passando il flusso attraverso un condensatore a bassa temperatura; il flusso viene poi fatto passare attraverso un riscaldatore per abbassare l'umidità relativa così da impedire l'adsorbimento preferenziale dell'acqua sui carboni attivi;
- ~~5. Il metodo delle rivendicazioni prima, seconda, terza e quarta, dove però la condensazione criogenica dei suddetti prodotti e inquinanti avviene contemporaneamente al loro frazionamento in una colonna a riflusso interno, che utilizza azoto liquido e un liquido refrigerante come fonte di energia per il raffreddamento e per il riflusso.~~
6. Apparecchiatura per il recupero di prodotti da flussi gassosi o di inquinanti da emissioni gassose in conformità al metodo delle rivendicazioni prima, seconda, terza e quarta, che comprende:  
una coppia di recipienti contenenti i letti di adsorbenti idrofili per l'eliminazione dell'umidità dai flussi, disposti in parallelo, il primo in fase operativa mentre il secondo è in fase di rigenerazione, completo di dispositivi e accessori per essere inserito in circuito chiuso con un ventilatore e alternativamente con un riscaldatore e un raffreddatore per effettuare la rigenerazione dei letti mediante azoto caldo, dopo aver spurgato il circuito per eliminare l'ossigeno e i composti organici;  
un raffreddatore ad acqua per portare il flusso alla temperatura corretta per la successiva fase di processo;  
una coppia di recipienti contenenti i letti di adsorbenti (carboni attivi o resine macroporose o i sopra citati adsorbenti inorganici) per l'adsorbimento di detti prodotti e inquinanti, disposti in parallelo, il primo in fase operativa mentre il secondo è in fase di rigenerazione, completi di dispositivi e accessori per essere inseriti ciascuno in circuito chiuso con un ventilatore e alternativamente con un riscaldatore e un raffreddatore, e connessi ad una linea di collegamento mediante la quale il flusso uscente da detti circuiti può essere avviato al condensatore criogenico, direttamente o passando attraverso una pompa da vuoto;  
una pompa per alto vuoto adatta per raggiungere il necessario grado di vuoto all'interno dei recipienti sopra citati;  
gli scambiatori di calore citati, riscaldatori e raffreddatori, che sono necessari per ottemperare i flussi ai valori richiesti dalle varie fasi di processo;  
un condensatore criogenico, per evaporare il gas inerte necessario e contestualmente recuperare l'energia di evaporazione impiegandola per completare la separazione e il recupero di prodotti e inquinanti;  
un gruppo frigorifero per provvedere un liquido refrigerato da usare nel processo.
7. Apparecchiatura per il recupero di prodotti da flussi gassosi e per l'abbattimento di inquinanti da emissioni gassose utilizzando il metodo della rivendicazione 5, comprendente tutte le apparecchiature e i dispositivi descritti nella rivendicazione 6 ma includendo, per la condensazione criogenica, una colonna di frazionamento a riflusso interno che usa azoto liquido e un liquido refrigerante per il raffreddamento e il riflusso.

*Gian Claudio Maselli*

## Scenario dell'invenzione

### 1. Settore di applicazione dell'invenzione

La presente invenzione ha come oggetto un metodo e un'apparecchiatura per usare e rigenerare materiali adsorbenti per il recupero di prodotti da flussi gassosi o per l'abbattimento di inquinanti da emissioni gassose, e più particolarmente a un metodo e ad un'apparecchiatura che realizzano una procedura sequenziale di riscaldamento dei materiali adsorbenti con azoto caldo e di desorbimento sotto vuoto per conseguire una rigenerazione molto efficace; nel contempo, evaporando azoto liquido per produrre la quantità necessaria di gas inerte, l'energia criogenica resa disponibile è usata per la separazione quantitativa, in un condensatore criogenico, dei composti volatili presenti nel flusso generato dal processo di adsorbimento.

Il settore dell'invenzione è pertanto quello delle tecnologie di trattamento delle emissioni gassose sia per recuperare prodotti da reimpiegare nei processi produttivi, sia per evitare l'inquinamento dell'ambiente.

### 2. Stato dell'arte

La tecnica dell'adsorbimento, che utilizza letti costituiti di materiali quali i carboni attivi, le resine macroporose e le zeoliti, è largamente adottata per il recupero di composti organici volatili (materie prime, prodotti, solventi, combustibili ecc.) da riutilizzare direttamente o rilavorati (frazionati e/o purificati) prima del reimpiego, come pure per l'abbattimento di inquinanti (in forma di composti organici volatili, gas, odori ecc.) provenienti dai processi di produzione e dalle attività accessorie, anche come guardia o come ultima rifinitura dopo gli impianti finali di trattamento.

La tecnica di adsorbimento è stata molto ben studiata e sviluppata, ed è considerata molto efficiente per le suddette separazioni, semplice e alquanto affidabile nell'effettuazione dei processi di recupero e di trattamento degli effluenti in questione. Pertanto è stata inclusa nell'elenco delle Migliori Tecniche Disponibili (BAT) per il trattamento dei gas residui dalle lavorazioni industriali, a maggior ragione apprezzata in quanto è una tecnica recuperativa che si conforma allo spirito con cui più recentemente sono affrontati i problemi ecologici.

I problemi di contorno, connessi alla natura dei composti da adsorbire (per es. il rischio d'incendio per la loro reattività in presenza dei siti catalitici dei carboni attivi), e la possibile presenza di polveri o di acqua in eccesso nei flussi che entrano nei letti di adsorbimento, sono conosciuti, e si possono adottare misure adeguate per ovviarvi nella maggior parte dei casi.

I processi di adsorbimento possono essere realizzati su letti fissi, letti fluidificati, letti rinnovati con movimento continuo, o con il metodo di adsorbimento e desorbimento a pressione oscillante.

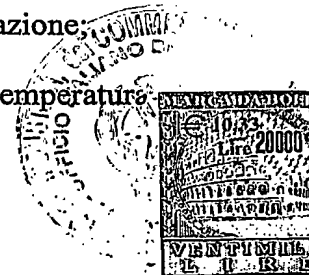
Il più diffuso è l'adsorbimento su letti fissi, più flessibile nell'impiego. Un obiettivo della presente invenzione è il miglioramento di questa tecnica superando alcune difficoltà che s'incontrano in fase di desorbimento.

Per rigenerare un letto di adsorbimento, che in particolare utilizzi carboni attivi o resine macroporose, può essere adottato il riscaldamento alternato con il raffreddamento, utilizzando diverse fonti di calore:

- vapore, il più usato, a diversi livelli di temperatura, pressione e grado di saturazione;
- scambiatori inseriti nel letto, o microonde, a diversi livelli di temperatura;
- gas caldi, in particolare gas inerte, per motivi di sicurezza, a diversi livelli di temperatura.

In alternativa, si può utilizzare la rigenerazione sotto vuoto.

*Stanislao Maselli*



L'uso di vapore si rivela molto efficace per fornire l'energia termica per convezione ai composti adsorbiti, ma comporta, nella maggioranza dei casi, la formazione di grandi quantità di acqua inquinata da depurare, o difficoltà incrementate nei processi a valle di separazione per il recupero dei prodotti (l'acqua può formare azeotropi con i solventi e con altri composti organici volatili e causare l'idrolisi di alcuni composti quali alcuni esteri e solventi clorurati).

Usando scambiatori inseriti nei letti o microonde, la difficoltà consiste nello scambio di calore attraverso il letto, alquanto scarso e disomogeneo a causa della minima conducibilità termica dei materiali adsorbenti. Pertanto la rimozione del materiale adsorbito è lunga e difficoltosa e non efficace nella maggior parte dei casi, perché devono essere evitate temperature di rigenerazione molto elevate per evidenti ragioni di sicurezza.

I gas caldi, di preferenza l'azoto, fatti passare attraverso il letto di adsorbimento, in circuito chiuso con una sorgente di calore per aumentare la temperatura del letto e consentire ai composti adsorbiti di vincere le forze di legame di adsorbimento, e con una sorgente di freddo per raggiungere il punto di rugiada e ottenere la condensazione dei composti passati in fase vapore, sono efficaci per il riscaldamento fornito, di tipo convettivo, ma non sempre efficaci per ottenere la rimozione quantitativa dei composti adsorbiti, lavorando alle usuali temperature di riscaldamento, a causa dell'effetto limitante opposto dai forti legami di adsorbimento. Questa limitazione è particolarmente evidente quando sia richiesto il più alto livello di efficienza nei processi di abbattimento degli inquinanti, per poter rientrare nei più restrittivi limiti di concentrazione stabiliti dalla legge.

A livello industriale, la rigenerazione dei letti di adsorbimento con azoto caldo è di solito effettuata in circuito chiuso con dei riscaldatori per fornire energia termica al letto e con dei raffreddatori per separare i composti desorbiti. Nella fase iniziale, viene immesso azoto entro il circuito per ottenere un'atmosfera inerte, ma l'energia criogenica resa disponibile nell'evaporare l'azoto liquido è persa. Successivamente, allorché è necessario un flusso di alta portata nel circuito per effettuare il desorbimento, vengono erogate a tutta la massa circolante grandi quantità di calore con vapore (o con altro fluido) e di energia di raffreddamento mediante fluidi frigoriferi non criogenici, fornite però contemporaneamente, con un consumo ridondante perché competitivo, per cui in particolare l'uso di quest'ultima non è efficiente (a causa della contemporaneità col riscaldamento) ed è comunque inefficace (a causa del livello termico, non criogenico e inadeguato per una completa rigenerazione del letto). Comunque, l'uso di gas inerte caldo non comporta solitamente un successivo impatto sull'ambiente.

Nella rigenerazione sotto vuoto, di per sé una tecnica tranquilla, dove l'energia per il desorbimento dei composti è fornita dalla capacità termica del materiale del letto, una simile limitazione nell'uso si riscontra allorché sia richiesto un alto grado di rigenerazione, per poter realizzare un trattamento molto rigoroso delle emissioni inquinate. Inserendo scambiatori riscaldanti nel letto, le performances migliorano, ma aumentano i rischi del processo. Non si verifica alcun impatto derivato sull'ambiente.

A seguito delle considerazioni di cui sopra, la tecnica di adsorbimento che usi per il desorbimento gas inerte caldo in circuito chiuso, o usi accuratamente il vuoto, può essere raccomandata dal punto di vista della sicurezza e dell'ecologia, ma si deve fare un ulteriore sforzo per rimuovere alcune limitazioni o deficienze nel suo impiego. Questo modo di affrontare la tematica è peraltro conforme alle Direttive emesse dai governi nazionali e dalle organizzazioni e dai comitati mondiali in materia di protezione ambientale, le quali enfatizzano la necessità di prevenire e ridurre l'impatto globale sull'ambiente connesso con i processi di produzione e le attività accessorie dell'industria, ivi inclusi gli impianti di trattamento delle acque di scarico e delle emissioni gassose. In base a tali Direttive, la concentrazione residua degli inquinanti più pericolosi deve essere contenuta entro i limiti di pochi milligrammi, o frazioni di milligrammo, per metro cubo di effluente trattato immesso in atmosfera.

*San Claudio Masetti*

### Riassunto dell'invenzione

Scopo della presente invenzione è fornire un sistema integrato di adsorbimento e desorbimento, con caratteristiche migliorative, per il recupero di composti organici volatili (materie prime, prodotti, solventi, combustibili ecc.) o per l'abbattimento di inquinanti (composti organici volatili, gas, odori ecc.), utile in particolare per adsorbitori a letto fisso. Viene rivelato un metodo che introduce miglioramenti sostanziali nel desorbimento dei composti dal letto, che comprende:

il passaggio preliminare attraverso il letto di gas inerte, ottenuto a tal proposito dall'evaporazione di azoto liquido, per rimuovere l'ossigeno presente nel recipiente e nel circuito;

il trattamento del flusso di spurgo per separare i composti volatili presenti, prima di scaricarlo in atmosfera, in un condensatore criogenico che utilizza l'energia di un liquido di raffreddamento per la precondensazione e l'energia criogenica recuperata dall'evaporazione dell'azoto per rifinire la separazione;

continuando l'immissione d'azoto, il riscaldamento del letto di adsorbimento alla temperatura più alta ottenibile purché compatibile con il materiale adsorbente, circolando in circuito chiuso con uno scambiatore di calore la corrente di azoto e di vapori di composti desorbiti;

il trattamento criogenico nel suddetto condensatore del **solo flusso in eccesso** uscente dal circuito, utilizzando azoto liquido, che viene ivi evaporato e recuperato in pressione in un serbatoio polmone; un preraffreddamento con altro liquido refrigerante può risultare conveniente;

sospesa l'immissione di azoto, l'attivazione di una pompa per produrre un alto vuoto nel recipiente contenente il letto adsorbente caldo, e nel circuito collegato, per consentire il desorbimento dei composti;

il trattamento del flusso estratto dalla pompa nel condensatore criogenico, recuperando ancora il gas formato;

l'uso dell'azoto recuperato per riempire il recipiente e il circuito;

la ripetizione del ciclo di spurgo e riscaldamento in circuito chiuso;

l'ulteriore adsorbimento sotto vuoto, con il contestuale trattamento criogenico del flusso e il recupero dell'azoto gas per il successivo utilizzo;

il termine dell'operazione di desorbimento quando il letto è privo di composti assorbiti;

il raffreddamento del letto con azoto immesso in circuito chiuso con un raffreddatore.

Nelle operazioni sopra descritte tutta l'energia criogenica dall'evaporazione dell'azoto liquido è recuperata, come pure tutto il gas formato. Tutti i composti desorbiti sono recuperati, non contaminati da nessuna aggiunta di materiale o di umidità. Tutti i flussi del trattamento, il flusso principale trattato e quelli prodotti nel corso del trattamento, sono scaricati in atmosfera assolutamente privi di inquinanti. Viene evitato il riscaldamento dei materiali adsorbenti e di quelli adsorbiti in presenza di ossigeno e di acqua, allungando così la durata di impiego degli adsorbenti ed evitando la possibile ossidazione e/o l'idrolisi dei composti adsorbiti.

Grazie alle caratteristiche del nuovo sistema, l'efficienza della rigenerazione è completa; la qualità dei prodotti recuperati è migliorata; l'impatto sull'ambiente a valle del sistema di depurazione è reso minimo; i costi di esercizio sono contenuti, grazie ad un uso razionale ed efficiente dell'energia, evitando il riscaldamento/raffreddamento competitivo della grande portata della miscela di azoto e composti desorbiti nel circuito di rigenerazione; l'affidabilità del sistema è garantita, e la durata del ciclo operativo complessivo, fase di adsorbimento più fase di rigenerazione, è contenuta entro i consueti tempi delle tecniche di adsorbimento esistenti.

Infine, grazie al nuovo metodo, è più facile l'impiego per l'adsorbimento delle resine macroporose, che sono sensibili all'effetto di temperature piuttosto elevate durante la rigenerazione, in particolare in presenza di ossigeno. Usando tali resine, i consumi energetici per la rigenerazione (riscaldamento e raffreddamento) risultano ridotti grazie ai legami di adsorbimento meno forti rispetto a quelli dei

*Franco Landis Hase*

carboni attivi. Non essendovi siti attivi per la catalisi, l'adsorbimento di molti composti può essere effettuato con minori rischi, come nel caso di alcuni chetoni.

In accordo con un altro aspetto dell'invenzione, durante la summenzionata rigenerazione di un letto che sia stato usato per l'adsorbimento di una miscela di diversi vapori, in particolare gas, è possibile ottenere, desorbendo i prodotti, il contestuale frazionamento dei diversi componenti nello stesso impianto, usando una colonna a riflusso interno come condensatore criogenico.

### Breve descrizione dei disegni

La FIG. 1 è un diagramma di flusso schematico del processo di adsorbimento-desorbimento, e dell'apparecchiatura per realizzarlo, oggetto della presente invenzione.

La FIG. 2 è un diagramma di flusso schematico di detto processo e detta apparecchiatura usati in forma combinata con una colonna a riflusso interno per il contestuale frazionamento dei composti adsorbiti.

### Descrizione dettagliata dell'invenzione

Nella forma di realizzazione pratica preferita (vedi FIG. 1 che mostra l'apparecchiatura per realizzare il metodo) un flusso entrante di aria umida in cui sono presenti in miscela composti organici volatili o gas, a pressione atmosferica e a concentrazione e temperatura controllata (in E-01), è spinto dal ventilatore B-01 attraverso un letto T-01A/B contenente un adsorbente idrofilo adatto per la completa rimozione dell'umidità. A tale scopo può essere utilizzata allumina attivata o un altro adsorbente adatto per l'acqua. Il flusso gassoso secco, ancora raffreddato in E-05 ad una temperatura conveniente per l'adsorbimento, è fatto passare entrando dal fondo attraverso il primo di una coppia di letti di adsorbimento T-02A/B in cui sono contenuti carboni attivi o resine macroporose, liberi da composti adsorbiti. In funzione del tipo di materiale usato per l'assorbimento, dal tipo e dalla concentrazione dei composti da assorbire, dalle isoterme di adsorbimento per ciascun composto alla pressione e alla temperatura mantenute durante il processo di separazione, e dal grado di separazione richiesto, vengono definiti le giuste dimensioni e le caratteristiche del letto e i parametri ottimali di processo, utilizzando le conoscenze della buona pratica d'ingegneria. All'uscita dal letto di adsorbimento, il flusso è esente da prodotti o da inquinanti, in conformità ai limiti di legge, e può essere scaricato in atmosfera.

Raggiunta la saturazione del primo letto, il flusso è passato al secondo, tenuto fino ad allora pronto per subentrare nel processo di adsorbimento senza produrvi interruzioni.

La rigenerazione del letto contenuto in T-02A inizia immediatamente secondo la seguente procedura:

1. il recipiente T-02A viene isolato dal resto del circuito mediante un sistema di valvole;
2. parte dell'azoto gas contenuto nel recipiente di stoccaggio T-03 è flussato, entrando dall'alto del recipiente, in flusso a pistone, attraverso il letto di adsorbimento finché la concentrazione di ossigeno all'interno del recipiente è più bassa di un livello di sicurezza; usualmente è sufficiente un equivalente di meno di 10 volumi di gas;
3. un simile volume di spurgo dal fondo del recipiente, una miscela di aria e azoto contenente prodotti o inquinanti in fase gas, viene raffreddato con acqua nello scambiatore E-06 e passato attraverso un condensatore/solidificatore criogenico C-01, alimentato con un liquido frigorifero nella sezione inferiore C-01A e, nella sezione superiore C-01B, con azoto liquido in pressione, che viene di conseguenza evaporato per scambio termico indiretto con tale miscela, che è a temperatura più elevata; l'azoto gas in pressione entra nel serbatoio polmone T-03 per essere riusato; i composti condensati sono recuperati in un serbatoio dedicato V-01;

*Frank Claudio Masetto*



4. lo scambio termico in C-01 è controllato in modo tale che la temperatura del flusso gassoso è progressivamente ridotta per ottenere la separazione completa, per condensazione e/o solidificazione, di prodotti o inquinanti, cosicché un piccolo flusso pulito può essere direttamente scaricato in atmosfera dall'alto del condensatore/solidificatore criogenico; l'energia criogenica resa disponibile dall'evaporazione dell'azoto liquido è utilizzata per il trattamento criogenico del flusso; l'azoto gas prodotto viene usato per spurgare l'aria dal recipiente a pressione atmosferica; in alternativa, lo stesso flusso può essere inviato all'altro letto di adsorbimento in operazione;
5. quando il contenuto di ossigeno nel recipiente è inferiore ad un valore prefissato, viene formato un circuito che include il suddetto recipiente T-02A, un ventilatore B-02, uno scambiatore E-04 che utilizza un idoneo mezzo riscaldante, vapore o dowtherm, e inizia il riscaldamento della massa di gas racchiusa nel circuito e, per convezione, del letto da rigenerare, in controllo di temperatura, fino a raggiungere la temperatura finale efficace per la prima fase di desorbimento; nel contempo, viene mantenuta una piccola purga d'azoto; i composti desorbiti entrano in fase gas, e l'espansione termica produce un incremento di volume del flusso circolante: il volume in eccesso viene fatto uscire dal circuito, passato attraverso E-06 ed entrare nel condensatore/solidificatore C-01 raffreddato con azoto liquido, producendo così altro azoto gas da riusare, un effluente pulito in atmosfera e un condensato dentro il serbatoio;
6. quando la temperatura finale di riscaldamento è raggiunta, ed un nuovo equilibrio è realizzato tra adsorbente e adsorbito residuo, viene costituito un nuovo circuito, mettendo in comunicazione il recipiente T-02A con la pompa da vuoto VP-01, capace di ricostituire le condizioni per un ulteriore adsorbimento, riducendo la pressione all'interno del recipiente fino ad un valore controllato; l'energia per il desorbimento è fornita dalla capacità termica del materiale del letto, la cui temperatura scende di conseguenza; il volume di azoto con alta concentrazione di composti desorbiti è spinto dalla stessa pompa da vuoto al condensatore/solidificatore criogenico, raffreddato e purificato prima della sua immissione in atmosfera; il condensato è recuperato;
7. un equivalente volume di azoto entra da T-03 in T-02A per rompere il vuoto;
8. per completare il processo di desorbimento, viene ripetuto il passaggio descritto al punto 5, poi quello descritto al punto 6, ma ad un vuoto più spinto, poi si ripete il passaggio 7;
9. se necessario, possono essere ripetuti i passaggi 5, 6 e 7;
10. al termine del processo di desorbimento, lo strato superiore del letto è completamente esente da composti adsorbiti, mentre modeste quantità accettabili sono presenti nel resto del letto;
11. prima di un nuovo ciclo operativo, si mettono in circuito chiuso T-02A, il ventilatore B-02 e lo scambiatore E-03, funzionante con un idoneo fluido raffreddante, per raffreddare il letto di adsorbimento alla temperatura giusta per avviare un nuovo ciclo di adsorbimento.

Nella FIG.1 sono indicati con linea marcata i circuiti con T-02A in fase di adsorbimento e T-02B in fase di desorbimento.

Il processo di adsorbimento/desorbimento della presente invenzione può essere integrato con altre tecnologie di separazione esistenti. Una forma rappresentativa dell'applicazione della presente invenzione, integrata ad esempio con la colonna a riflusso interno descritta nel brevetto europeo N° 0513704, è mostrata in FIG. 2.

In questo caso, dopo l'adsorbimento di una miscela a più componenti di composti organici volatili nell'effluente da trattare, in fase di rigenerazione la sequenza delle operazioni da 1 a 11 è la stessa, ma il trattamento criogenico dei flussi che escono dai circuiti di rigenerazione è realizzata con la colonna summenzionata, che usa solo azoto liquido, o azoto liquido e altro fluido di raffreddamento, per produrre il riflusso e regolare la temperatura di testa della colonna. In questo caso il serbatoio di stoccaggio del condensato V-01 è provvisto di un ribollitore interno E-08 per fornire l'energia per la rievaporazione dei componenti condensati della miscela presenti in origine

*Gran Claudio Marzotto*

nel flusso entrante all'impianto. In sequenza, dalla testa, viene separato per primo azoto contestualmente all'operazione di desorbimento, e in seguito tutti gli altri, poi condensati in E-07 per mezzo di azoto liquido o altro liquido frigorifero in funzione del caso, e recuperati nei serbatoi di quarantena, in una sequenza basata sulla loro volatilità decrescente. Tutto ciò utilizzando l'intervallo di tempo prima della successiva operazione di adsorbimento. La convenienza di questa applicazione dell'invenzione, in combinazione con la tecnologia di frazionamento sopra citata, risulta più evidente quando i componenti della miscela sono pochi o sono dei gas, che possono esser più facilmente separati, in un tempo più breve e usando meno energia, cosicché la durata del ciclo completo desorbimento/distillazione rientra nei limiti consueti del solo desorbimento.

### Esempio 1

Utilizzando la configurazione del sistema illustrata in FIG. 1, relativa alla forma di realizzazione preferita della presente invenzione, sono stati determinati i seguenti risultati per un caso rappresentativo di abbattimento e recupero di composti organici volatili, usando solo azoto liquido nel condensatore criogenico:

#### Condizioni d'ingresso

Temperatura	40 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica	9535 kg/h
<b>Composizione w/w</b>	
Acetone	0.42 %
Metilene Cloruro	1.15 "
Isopropil Alcool	0.33 "
Umidità	1.91 "
Aria	95.66 "

#### Condizioni d'uscita del flusso principale

Temperatura	35 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica	9122 kg/h
<b>Composizione</b>	
Acetone	9 mg/m <sup>3</sup>
Metilene Cloruro	10 "
Isopropil Alcool	16 "
Umidità	nulla
Aria	rimanente

#### Condizioni d'uscita del flusso dal condensatore criogenico

Temperatura	-130 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica (media)	160 kg/h
<b>Composizione</b>	
Acetone	1 mg/m <sup>3</sup>
Metilene Cloruro	2 mg/m <sup>3</sup>
Isopropil Alcool	non rilevabile
Umidità	nulla
Ossigeno (spurgo)	20 % a 1 %
Ossigeno (rigen.)	tracce
Azoto	rimanente

**Resa di recupero solvente** 99.85 % (724.3 di 725.4 entrati per ciclo)

Le performance suddette sono ottenibili con il seguente sistema:

letto di carbone attivo	6000 kg
ciclo di adsorbimento	4 ore
ciclo di desorbimento	4 ore
temperatura di adsorbimento	30 °C
temperatura di desorbimento	160 °C
portata nel circuito desorbimento	20000m <sup>3</sup> /h
T ingresso criocondensatore	50 °C

*Franco Masetti*

P assoluta min. in desorbimento	0.5 mbar
pressione azoto recuperato	6 barG
consumi elettrici per ciclo	280 kWh
consumo azoto per ciclo	640 kg
consumo di vapore per ciclo	830 kg
acqua di raffreddamento (ciclo)	30 m <sup>3</sup>
acqua preraffreddamento (ciclo)	720000 kcal

### Esempio 2

Utilizzando la configurazione del sistema come rappresentato in FIG. 2, relativa alla forma di realizzazione di un secondo modo di applicazione della presente invenzione quando venga integrata con l'uso di una colonna a riflusso interno, sono stati determinati i seguenti risultati per un caso rappresentativo di abbattimento e recupero di composti organici volatili con il loro contemporaneo frazionamento, usando azoto liquido e glicole refrigerato nella colonna criogenica a riflusso interno:

#### Condizioni d'ingresso

Temperatura	50 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica	880 kg/h
<b>Composizione p/p</b>	
Freon 11	1.29 %
n-Pentano	0.41
Umidità	1.63
Aria	rimanente

#### Condizioni d'uscita del flusso principale

Temperatura	35 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica	ca. 880 kg/h
<b>Composizione</b>	
Freon 11	6 mg/m <sup>3</sup>
n-Pentano	2 mg/m <sup>3</sup>
Umidità	nulla
Aria	rimanente

#### Condizioni d'uscita del flusso dalla colonna criogenica a riflusso interno dopo condensazione finale

Temperatura	-150 °C
Pressione	atmosferica
Portata massica (media)	40 kg/h
<b>Composizione</b>	
Freon 11	2 mg/m <sup>3</sup>
n-Pentano	nulla
Umidità	nulla
Ossigeno (spurgo)	20 % a 1 %
Ossigeno (rigen.)	tracce
Azoto	rimanente
Resa di recupero	99.96 % (59.82 di 59.84 entranti per ciclo)
Freon recuperato (ciclo)	45.4 kg
n-Pentano recuperato (ciclo)	14.4 kg

#### Le performances suddette sono state realizzate con il seguente sistema

letto di carboni attivi	600 kg
ciclo di adsorbimento	4 ore
ciclo di desorbimento	4 ore
temperatura di adsorbimento	35 °C
temperatura di desorbimento	160 °C
portata nel circuito desorbimento	1600 m <sup>3</sup> /h
T ingresso criocondensatore	50 °C

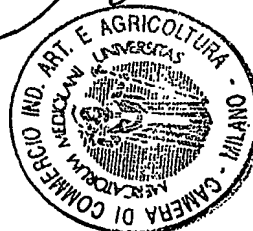
*Gran Claudio Masetti*

P minima in desorbimento	0.5 mbar
P dell'azoto recuperato	6 barG
consumo elettrico per ciclo	54 kwh
consumo d'azoto per ciclo	210 kg
consumo di vapore per ciclo	120 kg
acqua raffr.per rigenerazione	4 m3
acqua refrigerata per colonna	90000 kcal

Nei consumi energetici suddetti sono inclusi quelli usati per frazionare il Freon 11 e il n-Pentano.

*per Claudio Masella*

*CC*



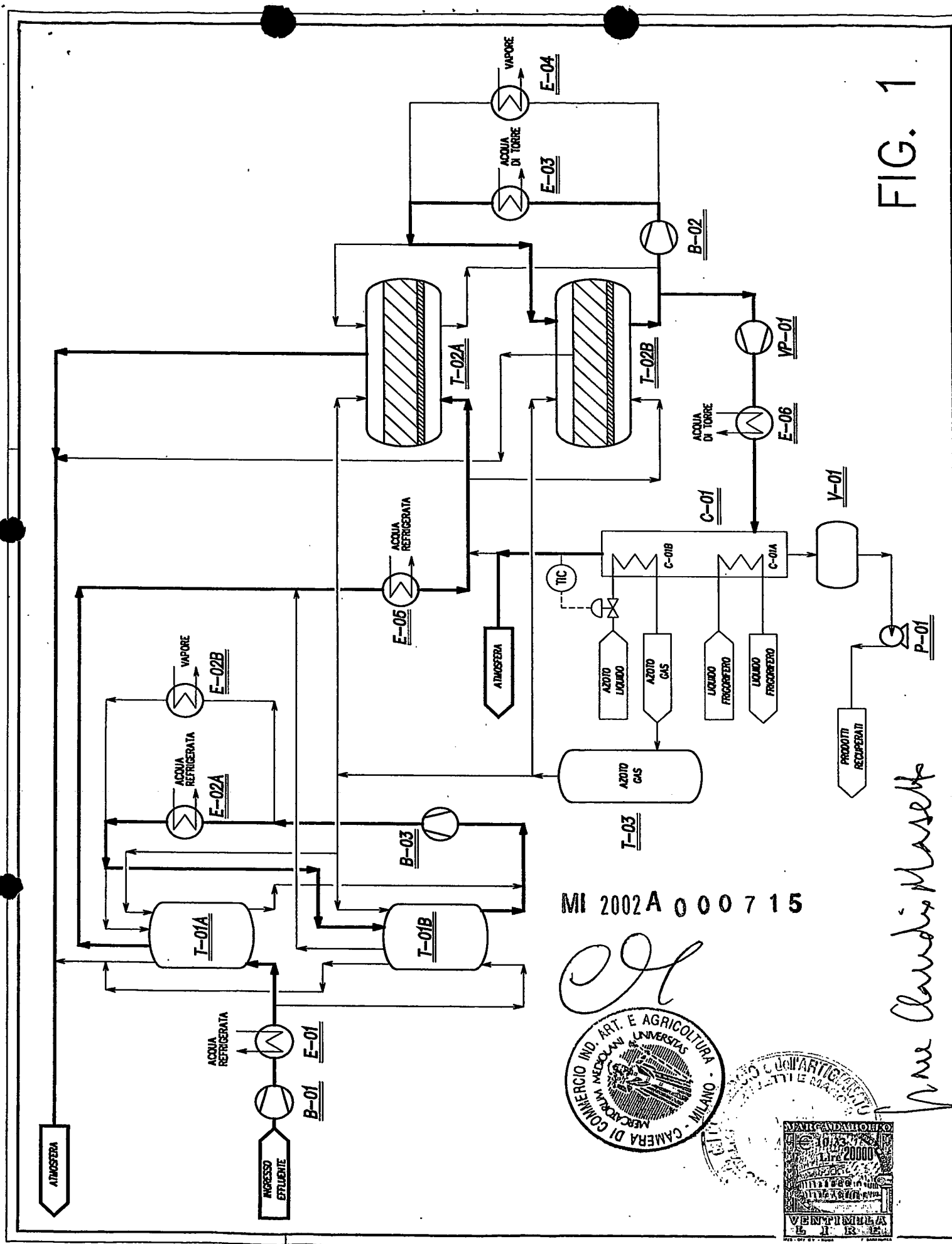
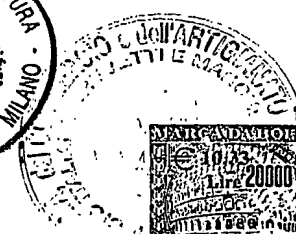


FIG. 1

MI 2002A 000715

*[Handwritten signature]*



*per Claudio Masella*

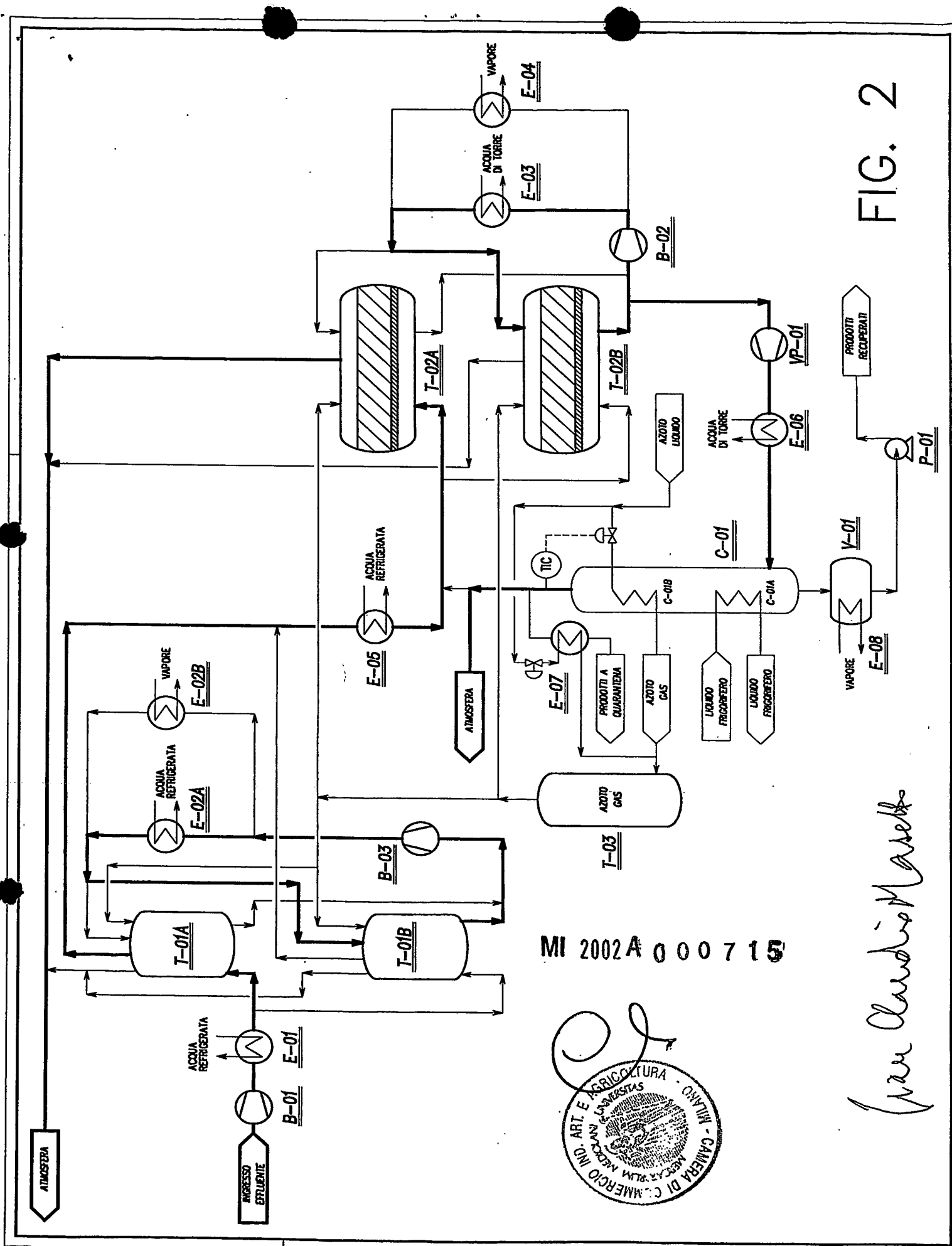


FIG. 2

MI 2002A 000715



*San Claudio Masselli*

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: \_\_\_\_\_**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**